

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 54-068727

(43)Date of publication of application : 02.06.1979

(51)Int.Cl.

C25D 15/00

(21)Application number : 52-135276

(71)Applicant : NIPPON CARBON CO LTD

(22)Date of filing : 11.11.1977

(72)Inventor : MURAKAMI SATORU

(54) MANUFACTURE OF CARBON FIBER-METAL COMPOSITE MATERIAL

(57)Abstract:

PURPOSE: To form an electroplated face with superior wear resistance by dispersing below 5mm long carbon fibers in a plating bath contg. a levelling agent and carrying out plating to coprecipitate the fibers and the plating metal.

CONSTITUTION: 5W50g/l of below 5mm long carbon fibers are dispersed in an electroplating bath of Ni, Pb, Sn, Zn or Cr.

1W10% of a levelling agent is necessarily added to the bath in advance. At the time of plating, the bath is stirred to uniformly disperse the fibers, and carbon fiber-metal coprecipitates are formed on the surface of a product to be plated. The resulting plated face has superior wear resistance and is effectively applicable to a sliding member, tools, dies, etc.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C): 1998,2003 Japan Patent Office

⑨日本国特許庁(JP)

⑩特許出願公開

⑫公開特許公報(A)

昭54—68727

⑪Int. Cl.²
C 25 D 15/00

識別記号 ⑫日本分類
12 A 23

庁内整理番号 ⑬公開 昭和54年(1979)6月2日
7602—4K

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑭炭素繊維—金属複合材料の製造法

横浜市保土ヶ谷区権太坂192—8
4

⑮特 願 昭52—135276
⑯出 願 昭52(1977)11月11日
⑰発 明 者 村上哲

⑱出 願 人 日本カーボン株式会社
東京都中央区八丁堀2丁目6番
1号

明 細 書

1. 発明の名称

炭素繊維—金属複合材料の製造法

2. 特許請求の範囲

平滑剤を含有した金属電気メッキ浴中に繊維長が1—10μm以下のチョップ状炭素繊維を分散し、炭素繊維上に炭素繊維を共析させることを特徴とする炭素繊維—金属複合材料の製造法

3. 発明の詳細な説明

本発明は特に耐摩耗性に優れた炭素繊維—金属共析層を有する炭素繊維—金属複合材料の製造法に関する。

炭素繊維—金属複合材料は比弾性、比強度、耐摩耗性に優れているため、航空機、自動車用ならびに一般産業用機械部品材料として取注目されて来ている。

これまで公表されている炭素繊維—金属複合材料の代表的な製法は(a)炭素繊維に熔融金属を直接加圧含浸する方法、(b)炭素繊維シートと金属

板とを積層してホットプレス成型する方法、(c)炭素繊維に金属メッキ(電気メッキ、化学メッキ、など)を行いこれをホットプレス成型する方法、(d)炭素繊維を巻棒に巻付けると同時にそれに金属を連続してメッキする方法などがある。しかし前記(a)～(c)の方法は工組が複雑であるばかりでなく、炭素繊維が熔融金属と反応してカーバイトを生成し易く従って複合材料の強度、耐摩耗性が低下する場合が多かった。

また、ある種の金属(例えばNi, Fe, Coなど)は特に1000℃近辺では炭素繊維を溶融する熱結晶を再結晶化させ晶粒結晶子の配向性をランダムにしたり、微細欠陥を生成させるため炭素繊維の強度を著るしく脆化させるのでホットプレス成型法などによる複合材料の製法は問題が多かった。さらに前記(d)の方法は大規模な設備を要するばかりでなく、必要以上に繊維体積率を大きくしなければならず高価なものとなり、かつ、繊維相互間の結合が不均一で安定した品質のものが得難い欠点を有していた。

本発明は前記これらの欠点を解消した高強度で特に耐摩耗性に優れた炭素繊維—金属複合材料の製造法であつて特に高温加熱を要せず低温度のメツキ浴中で炭素繊維—金属共析層を形成せしめ炭素繊維—金属間の均一な結合を得ることができるもので、その要旨とするところは、平滑剤を含有した金属電気メツキ浴中に炭素繊維が γ 以下のチョップ状炭素繊維を分散し、素地上に該炭素繊維を共析させることを特徴とする炭素繊維—金属共析層を有する炭素繊維—金属複合材料の製造法にある。本発明の方法においては、素地上に炭素繊維と金属との共析層を数ミクロンの厚みから素地厚みの数倍以上の厚みに至るまで自在に形成できるので簡単に工程で用途に応じた特性を有する炭素繊維—金属複合材料を得ることが出来る。

さらに詳細に述べると、本発明に使用する炭素繊維は黒鉛繊維をも含み、アクリル系、レーヨン系繊維およびビッチ類を溶融紡糸したビッチ繊維などの炭素繊維プレカーサーを必要によ

使用出来るが特に平滑な析出面が得られるように濃度を調節しさらに平滑剤を添加する。これは、炭素繊維が電導性であるため素地面への析出に際してフロツキュレーションをおこしやすい空孔が生じて平滑な析出面を得難いことによる。前記平滑剤は、メツキ金属を微細な結晶粒として析出させ平滑、緻密なあるいは光沢のある電着面を生じさせる作用を持つものであつて、例えばアルカリ銅浴には黒鉛セレン酸塩やロタンカリを、酸性銅浴と鉛浴にはゼラチンやニカワを、スズ浴と亜鉛浴にはデキストリンを、酸性銅浴にはチオ尿素をニッケル浴にはナフタリンスルホン酸塩、クマリン、サツカリン、ブチンジオール、プロパギルアルコールなどか使用出来る。これをメツキ液に対して $1 \sim 10$ 重量部添加する。添加量が少量すぎると添加の効果は無く、また多量すぎると、かえつてマイナスの作用を生じ平滑な共析面は得られない。メツキ浴の作動の際、メツキ液は通常のガス攪拌ないしポンプによる巡回攪拌、モータによる回転

つては耐炭化処理したのち炭素化温度以上に熱処理して得られるもので、高い比強度、比弾性を持ちかつ自己潤滑性に富んだものであつて、これを繊維長 γ 以下、特に好ましくは 1μ 以下に切断してチョップ状にしたものである。これをメツキ浴中に $\gamma \sim 50$ ($g / \text{メツキ液} / l$) 分散する。炭素繊維長が γ 以上のものを使用すると、素地に共析する際、繊維が相互に重なり合つて、空孔の生じる原因となるので好ましくない。また、特に 1μ 以下のチョップ状とした場合、メツキ浴中により多量に 200 ($g / \text{メツキ液} / l$) 程度まで繊維相互のからみ合いを生ぜずに分散出来るため素地への炭素繊維の析出量を多く出来、特に機械的強度、耐摩耗性に優れた炭素繊維—金属複合材料を得ることが出来る。メツキ液は通常の非電導性粒子（例えばカオリン、 SiO_2 , Wc , など）との複合メツキに使用されるものおよび金属電気メツキに通常使用される銅系、ニッケル系、鉛系、スズ系、亜鉛系、クロム系などの通常の液組成のものも

を攪拌、あるいは超音波攪拌を行い、炭素繊維の分散を均一にする。また、カチオン系界面活性剤をメツキ液 $1 l$ に対して $5 g$ 以下の割合で添加することにより炭素繊維の表面を活性化して炭素繊維の共析量を増加せしめることも出来る。添加量が多量すぎると共析量の増加にプラスにならないばかりでなく共析面は平滑でなくなる。

このようにして、素地上に金属および炭素繊維を共析せしめることにより短時間で炭素繊維—金属共析層を素地表面に膜状に形成することが出来るのは勿論通電時間を伸ばしかつ、メツキ浴へ炭素繊維を逐次添加して行くことにより肉厚の共析層を有する炭素繊維—金属複合材料が得られる。本発明の方法により得た炭素繊維—金属複合材料は特に耐摩耗性に優れているので摺動部材、工具類、金型などに有効に使用出来る。また、従来から試みられている炭素あるいは黒鉛粉末を素地上に共析させたものは水膜を表面に付着させないと潤滑性を発揮しないが

本発明の方法によるものは高強度であるばかりでなく水膜がない場合、また油中での摺動特性も良好である。従来から、硬さが大であり摩擦係数が小であることから耐摩耗金属材料としてクロムメッキをしたものが使用されて来たが以下の実施例に示すように本発明の方法によつて素地上にニッケルと炭素繊維の共析層を取付た炭素繊維—金属複合材料はクロムメッキした従来の耐摩耗性材料と比して優れた効果を発揮する。従つて、従来のクロムメッキのような均一電着性に劣り、均一な皮膜を得るのに複雑な工程を有するメッキに比して本発明の方法を使用すると簡単な工程で優れた特性のものを得ることが出来、また肉厚の共析層を有する複合材料の製造も容易である。

実施例

水1ℓに対して硫酸ニッケル250g、塩化ニッケル5g、ホウ酸50g、光沢剤（ユータイト社製）410、10ml 同43、10ml の割合で配合してなる ニッケルメツ

$$W_a = (\text{摩耗量}) / (\text{摺動距離}) \times (\text{荷重})$$

以上の結果より本発明の方法による複合材料の耐摩耗性に優れていることがわかる。

特許出願人 日本カーボン株式会社

代表者 石川 敏 功

キ浴（浴温50℃）中に平均繊維長100μmのチョップ状炭素繊維を20（g/メツキ液1ℓ）添加し、回転翼脱拌によつて均一分散しながら、浴電圧10V、陰極電流密度6A/dm²で2時間通電を行い5×50素地上に炭素繊維—ニッケルを共析させて厚さ100μmの炭素繊維—ニッケル共析層を持ち炭素繊維の析出量20vol%（ニッケル中）の炭素繊維—金属複合材料を得た。これと従来のクロムメッキ皮膜を有する金属材料との比較を第1表に示す。

第1表

	ピツカス硬度 (HV)	摩擦係数	比摩耗量: W_a (mg/cm ²) 相手材(S#50) 基材
本発明品	900	0.09	5×10^{-4} 6×10^{-4}
従来品	1100	0.18	1×10^{-3} 5×10^{-4}

※ 摺動試験機: 東洋ボールドウィン輪廻

BPM-10

試験条件: 荷重50g, 速度119cm/sec

(1000rpm)

1号スピンドル油（浴温: 50~50℃）中